

RARE EARTH PERMANENT MAGNET MATERIAL AND ITS MANUFACTURE

Patent Number: JP11008109
Publication date: 1999-01-12
Inventor(s): NOMURA TADAO; ITO TAKU; OHASHI TAKESHI
Applicant(s): SHIN ETSU CHEM CO LTD
Requested Patent: ■ JP11008109
Application Number: JP19980110659 19980421
Priority Number(s):
IPC Classification: H01F1/053; C21D6/00; C22C38/00; C22C45/02
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an anisotropical rare earth permanent magnet material having the axis of easy magnetization in one direction.

SOLUTION: When Nd-Fe-B amorphous alloy is heat treated in an inert gas atmosphere or vacuum to be crystallized, the heat treatment step is performed in a magnetic field exceeding 3T, so as to produce a rare earth magnetic material having the magnetic anisotropy in the magnetic field direction or perpendicular direction thereto. In such a constitution, the produced rare earth permanent magnet material has Nd₂Fe₁₄B crystalline phase and Fe₃-B phase in the particle diameter not exceeding 50 nm or Nd₂Fe₁₄B crystalline phase and Fe phase in particle diameter not exceeding 50 nm.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-8109

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月12日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
H 0 1 F 1/053		H 0 1 F 1/04	H
C 2 1 D 6/00		C 2 1 D 6/00	B
C 2 2 C 38/00	3 0 3	C 2 2 C 38/00	3 0 3 D
45/02		45/02	A

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平10-110659	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成10年(1998) 4月21日	(72) 発明者	野村 忠雄 福井県武生市北府2丁目1番5号 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内
(31) 優先権主張番号	特願平9-102838	(72) 発明者	伊藤 卓 福井県武生市北府2丁目1番5号 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内
(32) 優先日	平 9 (1997) 4月21日	(72) 発明者	大橋 健 福井県武生市北府2丁目1番5号 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 山本 亮一 (外 2 名)

(54) 【発明の名称】 希土類永久磁石材料及びその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 磁化容易軸が一方方向に揃った異方性の希土類永久磁石材料を提供する。

【解決手段】 Nd-Fe-B アモルファス合金を不活性ガス雰囲気もしくは真空中で熱処理し結晶化する際に、3 T以上の磁場中で熱処理を行ない、磁場方向またはその垂直方向に磁氣的異方性を有する希土類永久磁石材料を得る。得られた希土類永久磁石材料は、Nd₂Fe₁₄B 結晶相とFe₃-B 相とを有し、かつFe₃B 相の粒径が5 0nm以下、または、Nd₂Fe₁₄B 結晶相とFe相とを有し、かつFe相の粒径が5 0nm以下である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Nd-Fe-B アモルファス合金を不活性ガス雰囲気もしくは真空中で熱処理し結晶化する際に、3 T以上の磁場中で熱処理を行ない、得られた永久磁石材料が磁場方向またはその垂直方向に磁氣的異方性を有することを特徴とする希土類永久磁石材料。

【請求項2】 Nd-Fe-B アモルファス合金を熱処理して得られる希土類永久磁石材料がNd₂Fe₁₄B結晶相とFe₃B相とを有し、かつFe₃B相の粒径が50nm以下である請求項1に記載の希土類永久磁石材料。

【請求項3】 Nd-Fe-B アモルファス合金を熱処理して得られる希土類永久磁石材料がNd₂Fe₁₄B結晶相とFe相とを有し、かつFe相の粒径が50nm以下である請求項1に記載の希土類永久磁石材料。

【請求項4】 Nd-Fe-B アモルファス合金を不活性ガス雰囲気もしくは真空中で熱処理し結晶化することによって希土類永久磁石材料を得る製造方法において、上記熱処理を3 T以上の磁場中で行うことを特徴とする希土類永久磁石材料の製造方法。

【請求項5】 Nd-Fe-B アモルファス合金を熱処理して得られるNd₂Fe₁₄B結晶相とNdリッチ相とを有する希土類永久磁石材料の製造方法において、アモルファス合金の組成がNd 11~15at%、B 2~10at%、残部がFeからなり、熱処理温度が600~800℃であり、かつ上記熱処理を3 T以上の磁場中で行うことを特徴とする希土類永久磁石材料の製造方法。

【請求項6】 Nd-Fe-B アモルファス合金を熱処理して得られるNd₂Fe₁₄B結晶相とFe₃B相とを有する希土類永久磁石材料の製造方法において、アモルファス合金の組成がNd 1~10at%、B 10~25at%、残部がFeからなり、熱処理温度が550~800℃であり、かつ上記熱処理を3 T以上の磁場中で行うことを特徴とする希土類永久磁石材料の製造方法。

【請求項7】 Nd-Fe-B アモルファス合金を熱処理して得られるNd₂Fe₁₄B結晶相とFe相とを有する希土類永久磁石材料の製造方法において、アモルファス合金の組成がNd 1~10at%、B 1~5at%、残部がFeからなり、熱処理温度が550~800℃であり、かつ上記熱処理を3 T以上の磁場中で行うことを特徴とする希土類永久磁石材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、異方性を有する希土類永久磁石材料及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】Nd-Fe-B 磁石は高い磁気特性を有し、またSm系磁石に比較して材料コストが低いことから需要が増大している。この永久磁石は製法の観点から見れば、大まかには溶解法と急冷法の二つに大別される。焼結磁

石で現在もっとも工業化の進んでいる方法は溶解法である。Nd₂Fe₁₄Bよりも若干Nd、B過剰な組成で溶解した合金を粉砕、磁場中成形した後、1100℃付近の温度で焼結し、さらに低温で時効処理することにより焼結磁石とする。数μmの微粉を磁場中配向させることにより磁化容易軸を一方向に揃えて異方性を持たせることができる

(M.Sagawa et al, Japanese Journal of Applied Physics 26(1987) 785)。他方、磁石組成の溶湯を回転ロール上に吹き出して高速凝固させるメルトスパン法によって急冷薄帯を作製し、これをもとに磁石を作製する方法も開発されている(R.W.Lee, Physics Letter 46(1985)790など)。これには三つのタイプがあり、一つは急冷薄帯を粉砕したものを樹脂と混合、成形してボンド磁石とするもので、通常MQ1と呼ばれる。MQ1は工程が簡単であるものの、磁化容易軸が一方向に揃わず等方性で、かつ充填密度が低いために、磁気特性は劣る。他の二つは、該急冷薄帯粉をそのままホットプレスして等方性バルク磁石とするもの(MQ2)、MQ2にさらに熱間で塑性加工を施し加圧方向に磁化容易軸を揃えるもの(MQ3)である。MQ3を粉砕し樹脂と混合、磁場成形することにより異方性ボンド磁石とする方法も報告されているが、工程が極めて複雑で工程コストが高く、ほとんど工業化に至っていない。以上のように、焼結磁石やMQ3のような異方性バルク磁石に対し、ボンド磁石はMQ1の等方性磁石がほとんどで異方性磁石の開発が遅れていた。これはNd-Fe-B系では合金インゴットや焼結磁石を粉砕したときの保磁力劣化が著しいためである。

【0003】これに対し、合金を水素ガス中熱処理することによりNd₂Fe₁₄B微結晶集合体を得る方法が開発された(T.Takesita et al, Proc. 10th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and Their Applications, Tokyo, (1989) 399)。この方法は水素化(Hydrogenation)、相分解(Disproportionation)、脱水素化(Desorption)、再結合(Recombination)という過程が順次生じることから、HD DRプロセスと呼ばれている。さらに、Co、Ga、Zr、Hfなどを添加することにより、得られる粉末に異方性が生じる。これよりNd-Fe-B系において異方性を有するボンド磁石を開発することが可能になった。この方法は比較的簡単なことから現在研究が盛んに行われているが、急冷法に比べると結晶粒径が約一桁大きく、後述するナノコンポジット材料には適用が難しい、水素雰囲気熱処理は爆発など作業危険性が高い、また添加元素無しで異方化できないなどのデメリットも有する。

【0004】一方、さらなる高性能の次世代磁石探索が行われている中で、近年ナノコンポジット磁石が注目を集めている(E.F.Kneller et al, IEEE Transaction Magnetics 27(1991)3588 他)。これはハード磁性相とソフト磁性相が数十nmオーダーで微細分散した組織からなり、両相の磁化が交換相互作用で結び付くことによってソフト相の磁化は容易に反転せず、全体として単一ハー

ド相のように振る舞う。既存材料の組み合わせでも、これによって保磁力を損なうことなく、より高い飽和磁化を得られる可能性がある。計算では $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}\text{N}_3/\text{Fe-Co}$ において、異方性化できれば $(\text{BH})_{\text{max}} = 137 \text{ MGOe}$ の値を得られることが報告されている (R. Skomski et al, Phys ical Review B 48(1993) 15812)。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】これまで実際に $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{B}$ (R. Coehoorn et al, Journal de Physique 49 (1988) C8-669)、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}$ (特開平7-173501号公報、特開平7-176417号公報や、L. Withanawasam et al, Journal of Applied Physics 76(1994) 7065など) や $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}\text{N}_3/\text{Fe}$ (J. Ding et al, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 124(1993) L1) などの組み合わせが実験報告されてきた。これらの研究で行われている微細分散組織の作製方法としては、メルトスパン法やメカニカルアロイング (MA) 法により得られたアモルファス合金薄帯や粉末を熱処理して微結晶化する手段が取られている。しかしこの方法では、MQ1と同じく結晶方位が揃わないため磁氣的に等方性のものしか得られず、異方性磁石の磁気特性には及ばない。このように急冷薄帯をもとに作製された磁石は、異方性磁石とするのに複雑な工程を要し、またハード相/ソフト相が交換結合するナノコンポジット磁石ではこれまで異方性磁石の報告はない。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らはかかる問題を解決するために鋭意検討した結果、Nd-Fe-B アモルファス合金を3T以上の強磁場中で加熱結晶化することにより、異方性を有する永久磁石材料が得られることをみだし、諸条件を確立して本発明を完成させた。すなわち本発明の要旨は、Nd-Fe-B アモルファス合金を不活性ガス雰囲気もしくは真空中で熱処理し結晶化する際に、3T以上の磁場中で熱処理を行ない、得られた永久磁石材料が磁場方向またはその垂直方向に磁氣的異方性を有する希土類永久磁石材料、およびこの熱処理を3T以上の磁場中で行う希土類永久磁石材料の製造方法にある。また請求項2は、この希土類永久磁石材料が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶相と Fe_3B 相とを有し、かつ Fe_3B 相の粒径が50nm以下である希土類永久磁石材料である。請求項3は、この希土類永久磁石材料が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶相とFe相とを有し、かつFe相の粒径が50nm以下である希土類永久磁石材料である。

【0007】請求項5は、Nd-Fe-B アモルファス合金を熱処理して得られる $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶相とNdリッチ相とを有する希土類永久磁石材料の製造方法において、アモルファス合金の組成がNd 11~15at%、B 2~10at%、残部がFeからなり、熱処理温度が600~800℃であり、かつ上記熱処理を3T以上の磁場中で行うものである。請求項6は、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶相と Fe_3B 相とを有する上記希土

類永久磁石材料の製造方法において、アモルファス合金の組成がNd 1~10at%、B 10~25at%、残部がFeからなり、熱処理温度が550~800℃であり、かつ上記熱処理を3T以上の磁場中で行うものである。請求項7は、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶相とFe相とを有する上記希土類永久磁石材料の製造方法において、アモルファス合金の組成がNd 1~10at%、B 1~5at%、残部がFeからなり、熱処理温度が550~800℃であり、かつ上記熱処理を3T以上の磁場中で行うものである。以下に、これをさらに詳述する。

【0008】

【発明の実施の形態】原材料となるNd-Fe-B 急冷薄帯は従来から用いられるメルトスパン法によって作製される。ただしこのとき得られた材料は完全なアモルファス状態で、結晶をほとんど含まないものとする。微結晶やクラスターを多量に含んでいる場合は、後工程の熱処理においてこれらが結晶核となり成長が進行するので、磁場によって配向させることが難しい。少なくともX線回折で結晶ピークが観察されない状態にする必要がある。このためには回転ロール速度を30m/sec以上にすればよい。

【0009】組成はNdが11~15at%、Bが2~10at%、残部をFeとするのが望ましい。これらの範囲をはずれると良好な磁気特性が得にくい。この他、磁気特性を更に高めるために、Ndの一部をYや他の希土類元素で置換したり、Feの一部をCo、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、Al、Si、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Zr、Nb、Mo、Tc、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sn、Sb、Hf、Ta、W、Re、Os、Ir、Pt、Au、Hg、Tl、Pb、Biなどの元素で置換したりしてもよい。またBの一部をCで置換してもよい。このとき添加量が多すぎると飽和磁化の低下を招くため、Ndに対するDy、Tbの置換量は30at%以下、他の希土類元素の置換量は5at%以下が望ましいが、Prは30at%を超えてもよい。Feに対する置換量は5at%以下、Bに対する置換量は10at%以下が望ましい。

【0010】次に、酸化しないよう不活性ガス雰囲気もしくは真空中で熱処理することによって、このアモルファス合金を結晶化し、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相を析出させる。このとき $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の周囲には50at%以上のNdを含むNdリッチ相が薄く粒界相を形成する。熱処理温度は600~800℃が好ましく、さらに好ましいのは650~750℃の範囲である。温度がこれより低いと $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相が結晶化しなかったり、異相が析出したりして良好な磁気特性が得にくく、また温度がこれより高いと結晶が肥大化しすぎて同じく良好な特性が得にくい。

【0011】本発明の最大の要点は、この熱処理を3T以上の強磁場中で行うことにより、析出した $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の磁化容易軸を一方向に揃えて異方性の磁石材料を得ることにある。通常、磁場中熱処理による永久磁石の磁気異方性の誘導は、アルニコ磁石などの析出型合金ですで

に行われている。アルニコ磁石は高温相 α が強磁性 α_1 相と磁化の小さな α_2 相とに分解するとき、磁場中冷却によって α_1 相を形状異方性の大きな細長い単磁区粒子とするものであり、実際の製法としては、高温で溶体化処理を施し単相とした後、 γ 相析出を抑えるため950℃まで急冷してから、900～700℃の間を0.1～2℃/secの冷却速度で0.15T以上の磁界中で冷却する。強磁性 α_1 相の形状異方性を利用した磁石であり、分解温度がキュリー点近傍であることが重要である。一方、本発明

$$f_H = (\chi - \chi_0) \cdot (H/\mu_0) \cdot (\partial H/\partial X) \cdots (1)$$

ここで χ_0 は物質周囲の磁化率、 H は物質にかかる印加磁場、 μ_0 は真空透磁率、 $\partial H/\partial X$ はその物質位置での磁場勾配を表す。この磁気力 f_H が格子振動に打ち勝てば、生成核の結晶方位が一方に揃い、磁化容易軸が揃った材料を得ることができる。大きな磁気力 f_H を得るには磁場勾配 $\partial H/\partial X$ を大きくする必要があるが、実際にはこの値を直接制御することは難しい。そのため最大印加磁場 H を変化させることにより磁場勾配を制御する方法が簡便である。本発明者らは H の値を変えて実験を行った結果、 $H=3\text{ T}$ 以上の場合、生成した $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相に配向の傾向が見られることをみいだした。

【0012】本発明は、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相と共に磁氣的ソフト相が析出するナノコンポジット材料にも同様に適用できる。具体的には Fe_3B 相もしくは Fe 相が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相とともに微細分散し、かつ Fe_3B 相もしくは Fe 相の粒径が50nm以下であるような材料である。 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{B}$ ナノコンポジット材料を作製する場合は、材料組成をNdが1～10at%、Bが10～25at%、残部をFeとするのが望ましい。ソフト相が析出しない場合に比べてNdが少なく、Bが多くなっている。また、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}$ ナノコンポジット材料の場合は、材料組成をNdが1～10at%、Bが1～5at%、残部をFeとするのが望ましい。この組成はB量が少ないため、アモルファス状態にするには回転ロール速度を更に上げる必要がある。これらの材料についても磁気特性を更に高めるために、Ndの一部をYや他の希土類元素で置換したり、Feの一部をCo、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、Al、Si、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Zr、Nb、Mo、Tc、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sn、Sb、Hf、Ta、W、Re、Os、Ir、Pt、Au、Hg、Tl、Pb、Biなどの元素で置換したりしてもよい。またBの一部をCで置換してもよい。このとき添加量が多すぎると飽和磁化の低下を招くため、置換量は多くとも5at%以下が望ましい。

【0013】ナノコンポジット材料では、ハード相の $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ とソフト相の Fe_3B もしくは Fe とが良好な磁氣的交換結合するためには、ソフト相を50nm以下とすることが望ましい。そのため熱処理温度は550～800℃、より好ましくは600～700℃程度とするのが良い。これより温度が低いと $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相が結晶化しなかったり、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{23}\text{B}$

においては、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相のキュリー点は312℃と結晶化温度に比べてかなり低いいため、アルニコ磁石のような効果を期待することはできない。この相は結晶核生成段階では常磁性体である。しかしながら勾配を持った磁場中ではこの常磁性体の極めて小さな磁化率が影響し、勾配磁場によって磁気力が作用する(廣田他、電気学会マグネティックス研究会MAG-96-214(1996))。磁化率 χ を持つ物質に対して作用する磁気力 f_H は下式(1)のように示される。

γ や $\text{NdFe}_{12}\text{B}_6$ などの準安定相が析出したりして良好な磁気特性が得にくく、またこれより温度が高いと結晶が肥大化して交換結合力がソフト相全体に働かなくなってしまう。また熱処理時間によっても結晶粒径は変化するので、熱処理時間は $10^2 \sim 10^4 \text{ sec}$ の範囲とし、昇降温速度をできるだけ速やかに行うことが望ましい。これらの熱処理も前述のように $H=3\text{ T}$ 以上の強磁場中で行うことにより、生成する $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相に配向の傾向を見出すことができる。

【0014】

【実施例】次に、本発明について実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例1)純度99%以上のNd、Fe、B各金属を総量20gとなるように表1に示す秤量組成で秤量し、アーク溶解にて均一合金化したものを、径1.5mmオリフィスのある石英管内で再溶解した後、管上部よりAr加圧してCu製ロール上に噴出させた。このときのロール表面周速度は47.5m/secとした。得られた材料はCuK α 特性X線によりアモルファス状態であることを確認した。磁場中熱処理は、超電導マグネットに管状炉を組み合わせた装置を用いて行った。磁場中熱処理時の温度 T_a は680℃、印加磁場 H_a は5Tとした。所定温度に保持され、さらに炉内に勾配を有する磁場が印加された管状炉中に、予め石英管に200Torr減圧Ar封入しておいた上記アモルファス合金を投入し、試料がこの温度に到達後、さらに30分間保持してから、水中にて急冷した。得られた試料についてCuK α 特性X線回折を行ったところ、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相のピークが観察された。また粉碎した試料粉末を14kOe磁場中にてパラフィンで固め、VSMで磁気特性の測定を行った。パラフィンで固めたときの磁場に対して平行及び垂直方向に20kOe磁場印加したときの磁化の大きさの違いにより、試料の異方性を判定した。表1に、VSM測定による垂直方向磁化の大きさ I_N を平行方向磁化の大きさ I_P で規格化した値 I_N/I_P を示す。 I_N/I_P の値は小さいほど試料の異方性が大きいことを表す。

【0015】

【表1】

例	No	秤量組成 (at%)					磁場中熱処理条件		I _a / I _c
		Nd	Fe	B	Co	Si	T _a (℃)	H _a (T)	
実施例	1	13.3	80.9	5.8	—	—	680	5	0.34
	2	13.3	80.9	5.8	—	—	660	3	0.55
	3	13.0	78.5	5.5	2.5	0.5	650	5	0.32
	4	13.0	78.5	5.5	2.5	0.5	700	3	0.51
比較例	1	13.3	80.9	5.8	—	—	710	1	0.96
	2	13.3	80.9	5.8	—	—	730	0	0.96
	3	13.0	78.5	5.5	2.5	0.5	660	1	0.96
	4	13.0	78.5	5.5	2.5	0.5	690	0	0.96

【0016】(実施例2～4、比較例1～4)表1に示す秤量組成・磁場中熱処理条件とした以外は実施例1と同様の方法で試料の作製を行った。表1にVSM測定結果を併記する。

【0017】(実施例5～8、比較例5～8)表2に示す秤量組成・磁場中熱処理条件とし、磁場中熱処理の保持時間は、試料がこの温度に到達後5分間とした以外は

実施例1と同様の方法で試料の作製を行った。TEM観察により、実施例5～8の試料はいずれもNd₂Fe₁₄B相とともにFe₃B結晶相を有し、かつFe₃B相粒径は50nm以下であることを確認した。表2にVSM測定結果を示す。

【0018】

【表2】

例	No	秤量組成 (at%)					磁場中熱処理条件		I _a / I _c
		Nd	Fe	B	Co	Si	T _a (℃)	H _a (T)	
実施例	5	4.0	78.0	18.0	—	—	680	5	0.58
	6	4.0	78.0	18.0	—	—	660	3	0.76
	7	4.0	75.0	18.0	2.0	1.0	650	5	0.54
	8	4.0	75.0	18.0	2.0	1.0	700	3	0.70
比較例	5	4.0	78.0	18.0	—	—	710	1	0.97
	6	4.0	78.0	18.0	—	—	730	0	0.97
	7	4.0	75.0	18.0	2.0	1.0	660	1	0.96
	8	4.0	75.0	18.0	2.0	1.0	690	0	0.97

【0019】(実施例9～12、比較例9～12)表3に示す秤量組成・磁場中熱処理条件とし、磁場中熱処理の保持時間は、試料がこの温度に到達後5分間とした以外は実施例1と同様の方法で試料の作製を行った。TEM観察により、実施例9～12の試料では、いずれもNd₂Fe₁₄B相と共にFe相が析出し、かつFe相粒径は50nm以下

であることを確認した。表3にVSM測定結果を示す。なお表1～3より、比較例1～12ではいずれも試料の異方性を確認することができなかった。

【0020】

【表3】

例	No	秤量組成 (at%)					磁場中熱処理条件		I _a / I _c
		Nd	Fe	B	Co	Si	T _a (℃)	H _a (T)	
実施例	9	8.0	88.0	4.0	—	—	680	5	0.61
	10	8.0	88.0	4.0	—	—	660	3	0.73
	11	7.0	88.3	3.5	1.0	0.2	650	5	0.69
	12	7.0	88.3	3.5	1.0	0.2	700	3	0.76
比較例	9	8.0	88.0	4.0	—	—	710	1	0.97
	10	8.0	88.0	4.0	—	—	730	0	0.97
	11	7.0	88.3	3.5	1.0	0.2	660	1	0.97
	12	7.0	88.3	3.5	1.0	0.2	690	0	0.96

【0021】

【発明の効果】本発明によれば、磁化容易軸を一方に

揃えた異方性の希土類永久磁石材料を得ることができる。